

Asam sulfamat teknis





© BSN 2015

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Cara pengambilan contoh.....	1
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji	15
8 Pengemasan.....	15
9 Penandaan	15
Bibliografi.....	16



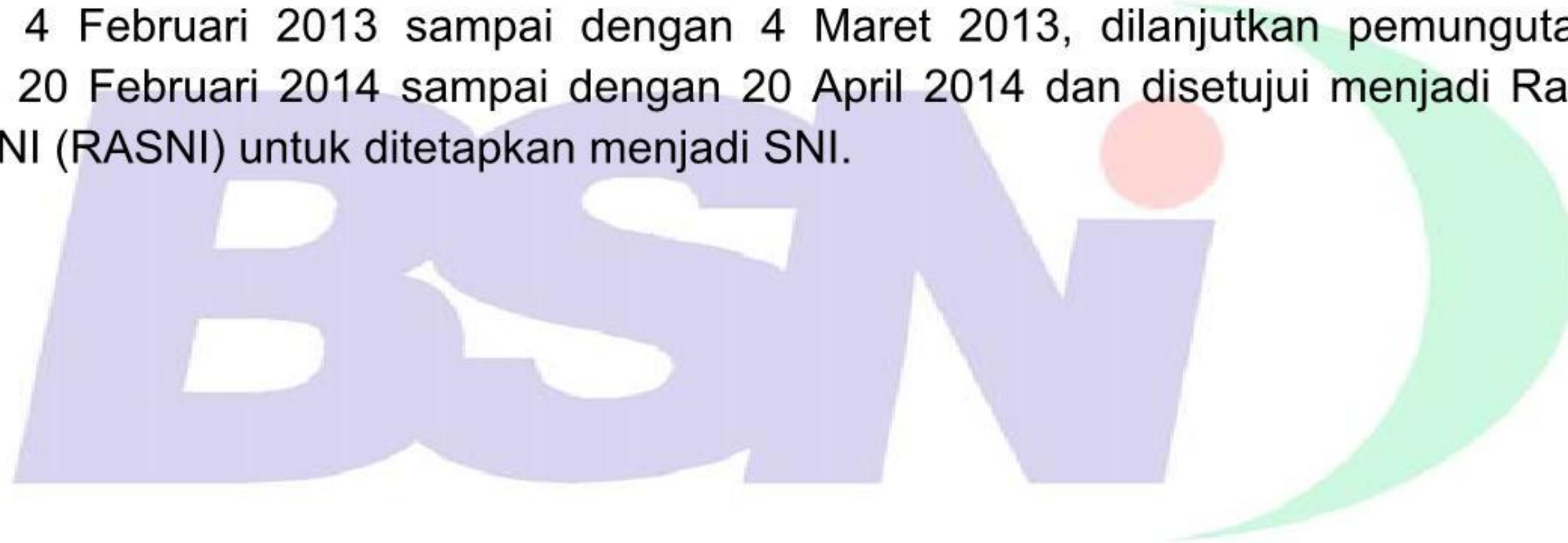
Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 3359:2015, *Asam sulfamat teknis* merupakan revisi dari SNI 06-3359-1994 *Asam sulfamat teknis*.

Standar ini direvisi pada syarat mutu dan penambahan parameter uji sesuai dengan perkembangan perdagangan. Tujuan revisi standar ini adalah:

- a. Melindungi produsen dan konsumen dalam negeri;
- b. Adanya jaminan kualitas produk bagi industri pengguna;
- c. Adanya acuan standar produk bagi produsen dalam memproduksi Asam sulfamat teknis, dengan memperhatikan kemampuan industri dalam negeri maupun ketentuan internasional.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 71-01 Teknologi Kimia dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup komite teknis di Jakarta pada tanggal 4 Desember 2012. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 4 Februari 2013 sampai dengan 4 Maret 2013, dilanjutkan pemungutan suara tanggal 20 Februari 2014 sampai dengan 20 April 2014 dan disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.



Asam sulfamat teknis

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji asam sulfamat teknis.

2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penggunaan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi tersebut yang digunakan. Untuk acuan tidak bertanggal, acuan dengan edisi terakhir yang digunakan (termasuk semua amandemennya).

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*

3 Istilah dan definisi

3.1

asam sulfamat teknis

bahan kimia dengan rumus molekul HOSO_2NH_2 , adalah padatan yang berwujud kristal bening, terurai pada suhu 205°C , tidak mudah menguap, tidak berbau, mudah larut dalam air, sedikit larut dalam pelarut organik.

4 Syarat mutu

Tabel 1 - Syarat mutu

No	Parameter uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar asam sulfamat (b/b)	%	Min. 99,7
2	Sulfat (SO_4) (b/b)	%	Maks. 0,03
3	Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 10
4	Besi (Fe)	mg/kg	Maks. 5
5	Klorida (Cl)	mg/kg	Maks. 10
6	Sisa pijar (b/b)	%	Maks. 0,01
7	Bagian tidak larut dalam air (b/b)	%	Maks. 0,01
8	Kadar air (b/b)	%	Maks. 0,05

5 Cara pengambilan contoh

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

6 Cara uji

6.1 Kadar asam sulfamat

6.1.1 Prinsip

Penentuan kadar asam sulfamat dilakukan dengan cara titrasi dengan larutan NaOH menggunakan indikator brom timol biru.

6.1.2 Peralatan

- Buret 50 mL dengan ketelitian 0,05 mL;
- Neraca analitis;
- Erlenmeyer;
- Oven.

6.1.3 Pereaksi

- Larutan Natrium Hidroksida 1 N (40,00 g NaOH/L).

Pembuatan:

Timbang 165 g NaOH p.a dalam botol polietilen 500 mL, tambahkan 150 mL air suling bebas CO₂. Larutkan. Diamkan selama 4 sampai 5 hari. Ambil 54 mL *supernatant*, masukkan ke dalam botol polietilen. Tambahkan air suling bebas CO₂ hingga 1 L.

Standardisasi:

Timbang teliti 8 g kalium hidrogen phtalat (KHC₈H₄O₄) p.a yang telah dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam. Tambahkan 100 mL air suling bebas CO₂. Titrasi dengan larutan NaOH yang akan distandarkan menggunakan indikator phenolphthalen 0,1 %.

$$\text{Normalitas NaOH} = \frac{W \times \text{kemurnian kalium hidrogen phtalat p.a}}{0,204\,23 \times V}$$

Keterangan:

- | | |
|----------|---|
| N NaOH | adalah normalitas NaOH, mol ekuivalen/L |
| W | adalah berat kalium hidrogen phtalat p.a, g |
| V | adalah banyaknya volume NaOH yang digunakan untuk titrasi, mL |
| 0,204 23 | adalah berat molekul kalium hidrogen phtalat dibagi 1000, g/mol ekuivalen |

- Indikator: brom timol biru (0,1 %).

Larutkan 0,10 g brom timol biru dalam 50 mL etanol 95 % dan 50 mL air suling.

6.1.4 Cara kerja

- Timbang teliti 2,5 g contoh dalam erlenmeyer;
- Tambahkan air suling 40 mL, lalu aduk sampai larut;
- Tambahkan 2 – 3 tetes indikator brom timol biru;
- Titrasi dengan larutan NaOH 1 N sampai terjadi perubahan warna dari kuning menjadi hijau.

6.1.5 Perhitungan

$$\text{HOSO}_2\text{NH}_2 (\%) = \frac{V \times N \times 0,097\,09 \times 100}{W}$$

Keterangan:

V adalah volume larutan NaOH, mL

N adalah normalitas larutan NaOH, mol ekuivalen/L

W adalah berat contoh, g

0,097 09 adalah berat setara asam sulfamat dibagi 1 000, g/mol ekuivalen

6.2 Sulfat (SO₄)

6.2.1 Prinsip

Penentuan kadar sulfat dilakukan dengan cara turbidimetri, yaitu sulfat direaksikan dengan barium klorida (BaCl₂) membentuk barium sulfat (BaSO₄). Kekeruhan contoh uji yang terjadi dibandingkan dengan kekeruhan standar.

6.2.2 Peralatan

- Neraca analitis;
- Pengaduk magnetis;
- Pipet ukur 10 mL;
- Pipet volume 15 mL;
- Inkubator/lemari pendingin;
- Tabung Nessler;
- Gelas piala 100 mL.

6.2.3 Perekasi

- Larutan NH₄OH (2 + 3);
Campurkan 40 mL NH₄OH pekat dengan 60 mL air suling.
- Larutan HCl (2 + 1);
Campurkan 20 mL HCl pekat dengan 10 mL air suling.
- Etanol 95 % (v/v);
- Larutan BaCl₂ 10 % (b/v);
Larutkan 11,7 g BaCl₂.2H₂O dalam 100 mL air suling.
- Larutan induk standar sulfat (1 mg SO₄/mL ≈ 1 000 mg SO₄/L);
Larutkan 0,181 g K₂SO₄ ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air suling hingga tanda batas. Atau didapat dari larutan induk bersertifikat siap pakai.
- Larutan standar sulfat (0,01 mg SO₄/mL ≈ 10 mg SO₄/L).
Pipet 5 mL larutan induk sulfat 1 mg SO₄/mL, masukkan ke dalam labu ukur 500 mL, encerkan dengan air suling hingga tanda batas.

6.2.4 Cara kerja

6.2.4.1 Larutan kerja

- a. Timbang teliti 1 g contoh uji dan masukkan dalam gelas piala;
- b. Tambahkan 10 mL air suling dan dinginkan hingga di bawah 5 °C, keadaan suhu ini dipertahankan sampai waktu pembandingan kekeruhan;
- c. Tambahkan secara berurutan sambil diaduk;
 - Netralkan dengan NH_4OH (2 + 3) secara perlahan sebanyak $(2 \pm 0,5)$ mL;
 - 0,3 mL HCl (2 + 1);
 - Encerkan dengan air suling hingga 25 mL;
 - 3 mL etanol 95 % (b/v);
 - 2 mL BaCl_2 10 % (b/v).
- d. Aduk dengan kecepatan konstan selama 60 detik;
- e. Kondisikan selama 1 jam pada suhu di bawah 5 °C (dalam inkubator);
- f. Masukkan larutan kerja ke dalam tabung Nessler.

6.2.4.2 Larutan standar pembanding

- a. Timbang teliti 0,5 g contoh uji dan masukkan dalam gelas piala;
- b. Tambahkan 5 mL air suling lalu dinginkan hingga di bawah 5 °C, keadaan suhu ini dipertahankan sampai waktu pembandingan kekeruhan;
- c. Tambahkan secara berurutan sambil diaduk;
 - Netralkan dengan NH_4OH (2 + 3) secara perlahan sebanyak $(1 \pm 0,25)$ mL;
 - 15 mL larutan standar sulfat (0,01 mg SO_4/mL);
 - 0,3 mL HCl (2 + 1);
 - Encerkan dengan air suling hingga 25 mL;
 - 3 mL etanol 95 % (b/v);
 - 2 mL BaCl_2 , 10 % (b/v).
- d. Aduk dengan kecepatan konstan selama 60 detik;
- e. Kondisikan selama 1 jam pada suhu di bawah 5 °C (dalam inkubator);
- f. Masukkan larutan standar pembanding ke dalam tabung Nessler.

6.2.4.3 Pengamatan hasil

- a. Amati secara visual dan bandingkan kekeruhan larutan kerja dan larutan standar;
- b. Hasil pembandingan kekeruhan larutan kerja tidak lebih keruh daripada kekeruhan larutan standar.

6.3 Timbal (Pb)

Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam contoh uji dapat dilakukan dengan 2 metode, yaitu:

1. Perbandingan warna;
2. Spektrofotometer serapan atom (SSA) nyala.

6.3.1 Metode perbandingan warna

6.3.1.1 Prinsip

Penentuan kadar timbal dilakukan dengan cara perbandingan warna, yaitu timbal direaksikan dengan hidrogen sulfida (H_2S) membentuk timbal sulfida (PbS). Warna contoh uji yang terjadi dibandingkan dengan warna standar.

6.3.1.2 Peralatan

- a. Neraca analitis;
- b. Cawan penguapan 150 mL;
- c. Pemanas;
- d. Labu takar 50 mL, 100 mL dan 1 000 mL;
- e. Gelas piala 100 mL;
- f. Pipet;
- g. Tabung Nessler.

6.3.1.3 Pereaksi

- a. Asam sulfat (H_2SO_4) pekat;
- b. Larutan asam klorida (HCl) (2+1);
Campurkan 20 mL HCl pekat dengan 10 mL air suling.
- c. Larutan natrium asetat (CH_3COONa) 20 % (b/v);
Larutkan 10 g natrium asetat (CH_3COONa) dengan air suling hingga 50 mL.
- d. Larutan jenuh hidrogen sulfida (H_2S);
- e. Pembuatan larutan induk logam timbal (1 000 mg Pb/L \approx 1 mgPb/mL);
Timbang 1,599 g $PbNO_3$ larutkan dalam gelas piala 250 mL dengan 20 mL HNO_3 (1 + 1) (v/v) dan tambahkan 100 mL air suling. Pindahkan ke dalam labu takar 1 000 mL, tambahkan air suling hingga tanda batas, aduk hingga rata. Atau didapat dari larutan induk 1 000 mg/mL bersertifikat siap pakai.
- f. Pembuatan larutan standar logam timbal (10 mg Pb/L \approx 0,01 mgPb/mL).
Pipet 1 mL larutan induk logam timbal (1 000 mg Pb/L), masukkan ke dalam labu takar 100 mL, tambahkan 0,5 mL HNO_3 (65 %). Tambahkan air suling hingga tanda batas, aduk hingga rata.

6.3.1.4 Cara kerja

6.3.1.4.1 Larutan kerja

- Timbang teliti 20 g contoh uji, masukkan ke dalam cawan penguapan;
- Tambahkan 1 mL asam sulfat (H_2SO_4) pekat, lalu panaskan perlahan sampai asap putih habis;
- Sisa pemijaran yang tertinggal ditambahkan 1 mL asam klorida (HCl) (2 + 1), lalu panaskan sampai kering;
- Tambahkan 2,5 mL asam klorida (HCl) (2 + 1), kemudian masukkan ke dalam labu takar 50 mL dan encerkan dengan air suling hingga tanda batas, homogenkan (Larutan A);
- Pipet 10 mL larutan A (ekivalen 4 g contoh) ke dalam gelas piala;
- Tambahkan 2 mL natrium asetat (CH_3COONa) 20 % (b/v) dan encerkan dengan air suling hingga 20 mL;
- Tambahkan larutan jenuh hidrogen sulfida (H_2S) sebanyak 10 mL;
- Masukkan larutan kerja ke dalam tabung Nessler.

6.3.1.4.2 Larutan standar pembanding

- Pipet 4 mL larutan standar timbal (0,01 mgPb/mL) , tambahkan 0,5 mL asam klorida (HCl) (2 + 1);
- Tambahkan 2 mL natrium asetat (CH_3COONa) 20 % (b/v) dan encerkan dengan air suling hingga 20 mL;
- Tambahkan larutan jenuh hidrogen sulfida (H_2S) sebanyak 10 mL;
- Masukkan larutan standar pembanding ke dalam tabung Nessler.

6.3.1.4.3 Pengamatan hasil

- Amati secara visual dan bandingkan warna larutan kerja dan larutan standar;
- Hasil pembandingan warna larutan kerja tidak lebih gelap daripada larutan standar.

6.3.2 Metode spektrofotometer serapan atom (SSA) nyala

6.3.2.1 Prinsip

Contoh uji dipanaskan hingga kering, dilarutkan dengan asam klorida (HCl), ditambahkan lantanum oksida. Encerkan dengan sejumlah air suling yang ditetapkan. Dari absorbansinya dapat dihitung kandungan timbal.

6.3.2.2 Peralatan

- SSA-nyala dengan kelengkapannya;
- Lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*, HCL) timbal;
- Neraca analitis;
- Pemanas;
- Labu takar 25 mL, 50 mL, 100 mL dan 1 000 mL;

- f. Gelas piala 250 mL;
- g. Pipet volumetrik 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL dan 5 mL;
- h. Cawan penguapan 150 mL;
- i. Tanur.

6.3.2.3 Pereaksi

- a. Air suling;
- b. Asam klorida (HCl) (1 + 3);
Larutkan 200 mL asam klorida (HCl) dengan 600 mL air suling.
- b. Asam nitrat (HNO₃) pekat 65 % (b/b);
- c. Asam nitrat (HNO₃) 0,1 M;
Larutkan 7 mL asam nitrat (HNO₃) pekat 65 % dengan air suling hingga 1 000 mL.
- d. Larutan lanthanum;
Larutkan 60 g lanthanum oksida dalam 400 mL asam klorida (1 + 3). Keringkan diatas pemanas untuk menghilangkan kelebihan asam klorida. Larutkan dengan air suling hingga 1 000 mL. 1 mL larutan ini mengandung 50 mg lanthanum.
- e. Pembuatan larutan induk logam timbal (1 000 mgPb/L \approx 1 mgPb/mL);
Larutkan 1,000 g logam timbal (Pb) dalam gelas piala 250 mL, larutkan dengan 7 mL asam nitrat (HNO₃) pekat 65 % (b/b). Pindahkan ke dalam labu ukur 1 000 mL, tambahkan air suling hingga tanda batas, homogenkan. Atau didapat dari induk 1 000 mg/mL bersertifikat siap pakai.
- f. Pembuatan larutan standar logam timbal (100 mg Pb/L \approx 0,1 mgPb/mL).
Pipet 10 mL larutan induk logam timbal (1 000 mg Pb/L), masukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Tambahkan 0,1 M asam nitrat (HNO₃) hingga tanda batas, homogenkan.

6.3.2.4 Cara kerja

6.3.2.4.1 Persiapan larutan kerja

- a. Homogenkan contoh uji, Timbang teliti 10 - 20 g contoh uji dalam cawan penguapan 150 mL. Panaskan hingga kering. Panaskan dalam tanur pada suhu 450 °C selama 1 – 2 jam atau lebih secara bertahap (50 - 100) °C per jam (ditandai dengan hilangnya uap putih);
- b. Dinginkan contoh uji, tambahkan 5 ml HCl (1 + 3). Panaskan hingga kering. Sisa abu, bilas dengan asam nitrat (HNO₃) 0,1 M dan masukkan ke dalam labu takar 25 mL. Tambahkan 2 mL larutan lanthanum, encerkan dengan HNO₃ 0,1 M hingga tepat tanda batas dan homogenkan;
- c. Larutan kerja siap diukur.

6.3.2.4.2 Pembuatan larutan standar timbal (Pb)

- a. Pipet 0 mL; 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL dan 5 mL larutan standar Pb (0,1 mg Pb/L). Masukkan ke dalam labu takar 25 mL;
- b. Tambahkan 2 mL larutan lanthanum, encerkan dengan HNO₃ 0,1 M sampai tanda batas dan homogenkan;
- c. Larutan standar siap diukur.

6.3.2.4.3 Pembuatan kurva kalibrasi, pembacaan larutan kerja dan larutan standar

- Optimalkan alat SSA—nyala sesuai petunjuk penggunaan alat;
- Aspirasikan larutan blangko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol;
- Aspirasikan larutan standar satu per satu ke dalam SSA - nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 283,3 nm, kemudian catat;
- Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi;
- Jika koefisien korelasi regresi linier (r) $< 0,995$, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada 6.3.2.4.3 (b) sampai dengan 6.3.2.4.3 (c), hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$;
- Aspirasikan larutan kerja ke dalam SSA - nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 283,3 nm, catat hasil pengukuran.

6.3.3 Perhitungan

Konsentrasi logam untuk Pb:

$$\text{Pb (mg/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{W}$$

Keterangan:

- a adalah konsentrasi larutan kerja, mg/L
 b adalah konsentrasi larutan blangko, mg/L
 V adalah volume larutan kerja, mL
 W adalah berat contoh uji, g

6.4 Besi (Fe)

Penentuan logam besi (Fe) dalam contoh uji dapat dilakukan dengan 2 metode, yaitu:

- Pembandingan warna;
- Spektrofotometer serapan atom (SSA) nyala.

6.4.1 Metode pembandingan warna**6.4.1.1 Prinsip**

Penentuan kadar besi dilakukan dengan cara pembandingan warna contoh uji dibandingkan dengan warna standar.

6.4.1.2 Peralatan

- Neraca analitis;
- Cawan penguapan 150 mL;
- Pemanas;
- Labu ukur 100 mL dan 1 000 mL;
- Gelas piala 100 mL;
- Pipet;
- Tabung Nessler.

6.4.1.3 Pereaksi

- Larutan HCl (2 + 1);
Larutkan 100 mL asam klorida (HCl) pekat 37 % dengan 50 mL air suling.
- Larutan hidroksilamin hidroklorida (NH_2OHHCl) 10 % (b/v);
Larutkan 10 g hidroksilamin hidroklorida dengan air suling hingga 100 mL.
- Larutan ammonium asetat ($\text{NH}_3\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$) 25 %;
Larutkan 12,5 g amonium asetat dalam air suling hingga 50 mL.
- Larutan 1,10-fenantrolin (ortho-fenantrolin) 0,2 % (b/v);
Larutkan 0,2 g 1,10 fenantrolin monohidrat atau 0,28 g 1,10 fenantrolin hidrat dalam 10 mL alkohol, kemudian tambahkan air suling hingga 100 mL dan simpan dalam botol coklat;
- Larutan induk standar besi ($1\ 000\ \text{mgFe/L} \approx 1\ \text{mg Fe/mL}$);
Larutkan 7,02 g fero amonium sulfat ($\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\ \text{H}_2\text{O}$) dengan 4 mL HCl (2 + 1) dalam labu ukur 1 000 mL. Encerkan dengan air suling hingga tanda batas, homogenkan. Atau didapat dari larutan induk bersertifikat siap pakai.
- Larutan standar besi ($10\ \text{mg Fe/L} \approx 0,01\ \text{mg Fe/mL}$).
Pipet 1 mL larutan induk logam besi ($1\ 000\ \text{mgFe/L}$), masukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Tambahkan 4 mL HCl (2 + 1). Encerkan dengan air suling hingga tanda batas (tera), homogenkan.

6.4.1.4 Cara kerja

6.4.1.4.1 Persiapan larutan kerja

- Pipet 5 mL dari larutan A dari prosedur 6.3.1.4.1 (ekivalen 2 g contoh), masukkan ke dalam tabung Nessler;
- Tambahkan 1 mL HCl (2 + 1), encerkan dengan air suling hingga 10 mL;
- Tambahkan 1 mL larutan hidroksilamin hidroklorid 10 % (b/v), lalu diamkan selama 5 menit ;
- Tambahkan 5 mL ammonium asetat 25 % (b/v);
- Tambahkan 2 mL 1,10-fenantrolin (ortho-fenantrolin) 0,2% (b/v), encerkan dengan air suling hingga 25 mL, homogenkan;
- Biarkan minimal 15 menit supaya timbul warna yang maksimal.

6.4.1.4.2 Pembuatan larutan standar besi (Fe)

- Pipet 1 mL larutan standar besi ($0,01\ \text{mgFe/mL}$), masukkan ke dalam tabung Nessler;
- Tambahkan 1 mL HCl (2 + 1), encerkan dengan air suling hingga 10 mL;
- Tambahkan 1 mL larutan hidroksilamin hidroklorid 10 % (b/v), lalu diamkan selama 5 menit ;
- Tambahkan 5 mL ammonium asetat 25 % (b/v);
- Tambahkan 2 mL 1,10-fenantrolin (ortho-fenantrolin) 0,2 % (b/v), encerkan dengan air suling hingga 25 mL, homogenkan;
- Biarkan minimal 15 menit supaya timbul warna yang maksimal.

6.4.1.4.3 Pengamatan hasil

- Amati secara visual dan bandingkan warna larutan kerja dan larutan standar;
- Hasil perbandingan warna larutan kerja tidak lebih jingga daripada larutan standar.

6.4.2 Metode spektrofotometer serapan atom (SSA) nyala

6.4.2.1 Prinsip

Contoh uji diabukan pada suhu 450 °C secara bertahap (50 °C per jam) kemudian ditambahkan HCl 6 M (1 + 1) dan diuapkan hingga kering. Sisa pengabuan dilarutkan dengan 0,1 M asam nitrat (HNO₃) dan analit logam diukur sesuai prosedur SSA–nyala.

6.4.2.2 Peralatan

- SSA – nyala dengan kelengkapannya;
- Lampu katoda berongga (*Hollow Cathoda Lamp*, HCl) besi;
- Neraca analitis;
- Pemanas;
- Labu ukur 25 mL, 100 mL dan 1 000 mL;
- Gelas piala 250 mL;
- Pipet volumetrik 0,1 mL; 0,5 mL; 1 mL; 2 mL dan 3 mL;
- Cawan penguapan 150 mL.

6.4.2.3 Pereaksi

- Air suling;
- HCl 6 M;
Larutkan 500 mL HCl 37 % (b/b) dengan air suling hingga 1 000 mL.
- Asam nitrat (HNO₃) pekat 65 % (b/b);
- Asam nitrat (HNO₃) 0,1 M;
Larutkan 7 mL asam nitrat (HNO₃) pekat 65 % dengan air suling hingga 1 000 mL.
- Larutan induk standar besi (1000 mgFe/L ≈ 1 mgFe/mL);
Timbang 1,000 mg logam besi, tempatkan dalam labu ukur 1 000 mL. Larutkan dengan 14 mL air suling dan 7 mL asam nitrat (HNO₃) pekat. Tambahkan air suling hingga tanda batas dan homogenkan. Atau didapat dari larutan induk bersertifikat siap pakai.
- Larutan standar besi (100 mg Fe/L ≈ 0,1 mg Fe/mL).
Pipet 10 mL larutan induk logam besi (1 000 mg Fe/L) , masukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Tambahkan 0,1 M asam nitrat (HNO₃) hingga tanda batas, homogenkan.

6.4.2.4 Cara kerja

6.4.2.4.1 Persiapan Larutan kerja

- Homogenkan contoh uji.
Timbang teliti 10 g sampai 20 g contoh uji dalam cawan penguapan 150 mL. Panaskan sampai kering. Panaskan dalam tanur hingga suhu 450 °C secara bertahap (50-100) °C per jam sampai uap putih habis.
- Dinginkan contoh uji, tambahkan 5 ml HCl 6 M. Panaskan hingga kering.
Sisa abu, bilas dengan asam nitrat (HNO₃) 0,1 M dan masukkan ke dalam labu takar 25 mL. Tambahkan hingga tepat tanda batas (tera) dan homogenkan;
- Larutan kerja siap diukur.

6.4.2.4.2 Pembuatan larutan standar besi (Fe)

- Pipet 0 mL; 0,1 mL; 0,5 mL ; 1 mL; 2 mL dan 3 mL larutan standar Fe (0,1 mg Fe/mL). Masukkan ke dalam labu takar 25 mL;
- Encerkan dengan asam nitrat (HNO₃) 0,1 M sampai tanda batas (tera) dan homogenkan;
- Larutan standar siap diukur.

6.4.2.4.3 Pembuatan kurva kalibrasi, pembacaan larutan kerja dan larutan standar

- Optimalkan alat SSA-nyala sesuai petunjuk penggunaan alat;
- Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA - nyala kemudian atur serapan hingga nol;
- Aspirasikan larutan standar satu per satu ke dalam SSA - nyala , lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 248,3 nm , kemudian catat;
- Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi;
- Jika koefisien korelasi regresi linier (r) < 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir b sampai dengan c, hingga diperoleh nilai koefisien r ≥ 0,995;
- Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA - nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 248,3 nm , catat hasil pengukuran.

6.4.2.5 Perhitungan

Konsentrasi logam untuk Fe:

$$\text{Fe(mg/kg)} = \frac{(a - b) \times V}{W}$$

Keterangan:

- a adalah konsentrasi larutan kerja, mg/L
b adalah konsentrasi larutan blanko, mg/L
V adalah volume larutan kerja, mL
W adalah berat contoh uji, g

6.5 Klorida (Cl)

6.5.1 Prinsip

Penentuan kadar klorida dilakukan dengan cara turbidimetri, yaitu klorida direaksikan dengan perak nitrat (AgNO_3) membentuk perak klorida (AgCl). Kekeruhan contoh uji yang terjadi dibandingkan dengan kekeruhan standar.

6.5.2 Peralatan

- Neraca analitis;
- Gelas piala 100 mL;
- Labu ukur 100 mL dan 1 000 mL;
- Pipet ukur 10 mL;
- Tabung Nessler.

6.5.3 Pereaksi

- Larutan perak nitrat (AgNO_3) 2 % (b/v);
Larutkan 2 gram AgNO_3 dengan air suling hingga 100 mL.
- Larutan asam nitrat (HNO_3) (1 + 2);
Campurkan 50 mL HNO_3 pekat dengan 100 mL air suling.
- Larutan induk standar klorida (1 mg Cl/mL \approx 1 000 mg Cl/L);
Larutkan 1,65 g natrium klorida (NaCl) p.a ke dalam labu ukur 1 000 mL, encerkan dengan air suling hingga tanda batas (tera). Atau didapat dari larutan induk bersertifikat siap pakai.
- Larutan standar klorida (0,01 mg Cl/mL \approx 10 mg Cl/L).
Pipet 5 mL larutan induk klorida 1 mg Cl/mL, masukkan ke dalam labu ukur 500 mL, encerkan dengan air suling hingga tanda batas.

6.5.4 Cara kerja

6.5.4.1 Persiapan larutan kerja

- Timbang teliti 2 g contoh, diencerkan pada tabung Nessler yang sudah berisi 20 mL air suling;
- Tambahkan 5 mL HNO_3 (1 + 2);
- Tambahkan 1 mL AgNO_3 2 % (b/v);
- Diamkan 15 menit.

6.5.4.2 Pengerjaan larutan standar

- Pipet 2 mL larutan standar klorida 0,01 mg Cl/mL, diencerkan pada tabung Nessler yang sudah berisi 20 mL air suling;
- Tambahkan 5 mL HNO_3 (1 + 2);
- Tambahkan 1 mL AgNO_3 2 % (b/v);
- Diamkan 15 menit.

6.5.4.3 Pengamatan hasil

- Amati secara visual dan bandingkan kekeruhan larutan kerja dan larutan standar;
- Hasil perbandingan kekeruhan larutan kerja tidak lebih keruh daripada kekeruhan larutan standar.

6.6 Sisa pijar

6.6.1 Prinsip

Penentuan sisa pijar dilakukan dengan pembakaran hingga menjadi abu pada suhu $(650 \pm 50) ^\circ\text{C}$.

6.6.2 Peralatan

- Neraca analitis;
- Cawan penguapan 150 mL;
- Pemanas;
- Furnace;
- Desikator.

6.6.3 Pereaksi

H_2SO_4 pekat.

6.6.4 Cara kerja

- Timbang secara teliti 20 g contoh uji kedalam cawan penguapan kering yang telah diketahui beratnya;
- Tambahkan 0,25 mL H_2SO_4 pekat, lalu panaskan perlahan sampai asap putih habis;
- Pijarkan pada suhu $(650 \pm 50) ^\circ\text{C}$, dinginkan dalam desikator dan timbang hingga berat tetap.

6.6.5 Perhitungan

$$\text{Sisa pijar (\%)} = \frac{(W1 - W2) \times 100 \%}{W}$$

Keterangan:

- W1 adalah berat cawan penguapan + endapan setelah dipijarkan, g
 W2 adalah berat cawan penguapan kosong, g
 W adalah berat contoh, g

6.7 Bagian tidak larut dalam air

6.7.1 Prinsip

Penentuan bagian tidak larut dalam air dilakukan dengan cara gravimetri.

SNI 3359:2015

6.7.2 Peralatan

- a. Neraca analitis;
- b. Pompa vakum;
- c. Gelas piala 500 mL;
- d. Kaca masir G4;
- e. Oven;
- f. Desikator.

6.7.3 Pereaksi

Air suling.

6.7.4 Cara kerja

- a. Timbang secara teliti 50 g contoh uji kedalam wadah yang bersih dan kering;
- b. Tambahkan 400 mL air suling dan aduk hingga larut;
- c. Saring dengan kaca masir G-4 yang kering dan telah diketahui beratnya, hisap dengan pompa vakum kemudian bilas dengan air suling panas;
- d. Bagian yang tidak larut berikut dengan saringan dikeringkan dalam oven pada suhu $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$ minimal 1 jam, dinginkan dalam desikator, kemudian ditimbang sampai berat tetap.

6.7.5 Perhitungan

$$\text{Bagian tidak larut dalam air (\%)} = \frac{(W1 - W2) \times 100 \%}{W}$$

Keterangan:

- W1 adalah berat kaca masir G4 + endapan, g
- W2 adalah berat kaca masir G4 kosong, g
- W adalah berat contoh uji, g

6.8 Kadar air

6.8.1 Prinsip

Penentuan kadar air dilakukan dengan cara gravimetri.

6.8.2 Peralatan

- a. Neraca analitis;
- b. Botol timbang;
- c. Oven;
- d. Desikator.

6.8.3 Cara kerja

- Timbang teliti 10 g contoh kedalam botol timbang kering yang telah diketahui beratnya;
- Panaskan dalam oven pada suhu $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ selama minimal 1 jam;
- Dinginkan dalam desikator dan timbang hingga berat tetap.

6.8.4 Perhitungan

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{(W_1 - W_2) \times 100 \%}{W}$$

Keterangan:

- W_1 adalah berat botol timbang + contoh sebelum dikeringkan, g
 W_2 adalah berat botol timbang + contoh sesudah dikeringkan, g
 W adalah berat contoh, g

7 Syarat lulus uji

Asam sulfamat teknis dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu pada Pasal 4.

8 Pengemasan

Produk asam sulfamat teknis dikemas dalam karung anyaman polipropilen (PP) putih, dengan lapisan dalam polietilen (PE) transparan. Pengemasan harus mempertimbangkan keamanan dan keselamatan selama pengangkutan dan penyimpanan.

9 Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan tanda penandaan yang mudah dibaca, berisikan sekurang-kurangnya:

- Nama produk;
- Berat bersih;
- Nama produsen;
- Alamat perusahaan;
- Cara penanganan;
- Kode produksi.

Bibliografi

ISO 6353-1:1982, *Reagents for chemical analysis – Part 1 : General test methods.*

ASTM C 566-97 (Reapproved 2004), *Standard Test Method for Total Evaporable Moisture Content of Aggregate by Drying.*

AOAC Official Methods of Analysis, 18th edition, 2005, *Lead, Cadmium, Copper, Iron and Zinc in Foods.*

JIS K 8587 – 1994, *Testing Method of Amidosulfuric Acid.*

